

## Metode pengujian kadar nitrogen total sedimen layang dengan alat destilasi Kjeldahl secara titrasi





© BSN 1996

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta

## DAFTAR ISI

### Halaman

Daftar Isi .....	i
BAB I    DESKRIPSI .....	1
1.1    Maksud dan Tujuan .....	1
1.1.1    Maksud .....	1
1.1.2    Tujuan .....	1
1.2    Ruang Lingkup .....	1
1.3    Pengertian .....	1
BAB II    KETENTUAN-KETENTUAN .....	2
2.1    Umum .....	2
2.1.1    Contoh Uji .....	2
2.1.2    Petugas dan Penanggung Jawab .....	2
2.2    Teknis .....	2
2.2.1    Peralatan .....	2
2.2.2    Bahan .....	3
2.2.3    Benda Uji .....	4
2.2.4    Rumus Perhitungan .....	5
BAB III    CARA UJI .....	6
BAB IV    LAPORAN UJI .....	8
LAMPIRAN A    : DAFTAR ISTILAH .....	9
LAMPIRAN B    : LAIN-LAIN .....	10
LAMPIRAN C    : DAFTAR NAMA DAN LEMBAGA .....	11



## BAB I

### DESKRIPSI

#### 1.1 Maksud dan Tujuan

##### 1.1.1 Maksud

Metode Pengujian Kadar Nitrogen Total Sedimen Layang Dengan Alat Destilasi Kjeldahl Secara Titrasi dimaksudkan sebagai acuan dan pegangan dalam pelaksanaan pengujian Nitrogen total sedimen layang secara titrasi.

##### 1.1.2 Tujuan

Tujuan metode pengujian ini adalah untuk mengetahui kadar Nitrogen total dari sedimen layang bagi keperluan uji mutu.

#### 1.2 Ruang Lingkup

Metode pengujian ini membahas :

- 1) ketentuan-ketentuan, cara uji dan laporan uji;
- 2) penggunaan metode Kjeldahl secara titrasi.

#### 1.3 Pengertian

Pengertian yang berkaitan dengan metode ini adalah :

- 1) Nitrogen total adalah salah satu unsur hara makro untuk pertumbuhan tanaman;
- 2) contoh uji adalah contoh sedimen layang yang diproses menjadi benda uji;
- 3) benda uji adalah contoh sedimen layang yang siap untuk diuji.
- 4) sedimen layang adalah benda padat yang terdiri dari bahan organik dan anorganik yang melayang dalam air.



## BAB II

### KETENTUAN-KETENTUAN

#### 2.1 U m u m

##### 2.1.1 Contoh Uji

Contoh uji diambil sesuai dengan Metode Pengambilan Contoh Muatan Sedimen Melayang di Sungai Dengan Cara Integrasi Kedalaman Berdasarkan Pembagian Debit, SNI 03-3414-1994.

##### 2.1.2 Petugas dan Penanggung Jawab

Nama, tanda tangan petugas dan penanggung jawab pengujian serta tanggal pengujian harus ditulis dengan jelas dalam formulir kerja.

#### 2.2 T e k n i s

##### 2.2.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan harus laik pakai dan memenuhi ketentuan sebagai berikut :

- 1) alat destilasi Kjeldahl;
- 2) alat destruksi;
- 3) neraca analitik yang berkapasitas 200 g dengan ketelitian 0,1 mg dan telah dikalibrasi;
- 4) labu Kjeldahl 800 ml;
- 5) oven dengan kemampuan temperatur lebih besar dari pada 105°C dengan ventilasi mekanik yang dapat digunakan pada aliran udara bersih;
- 6) tanur dengan kemampuan temperatur lebih besar dari pada 500°C;
- 7) desikator berdiameter 40 cm;
- 8) cawan porselen berdiameter 10 cm;

- 9) alat penjepit cawan sesuai kebutuhan;
- 10) labu erlenmeyer 250 ml;
- 11) tabung pengendap 500 ml;
- 12) buret 50 ml;
- 13) labu ukur 100 ml;
- 14) ayakan baja nir karat berlubang bundar 0,5 mm;
- 15) gelas ukur 100 ml.

#### 2.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan harus berkualitas tinggi yaitu terdiri atas :

- 1) air suling yang mempunyai daya hantar listrik (DHL) 0,5 - 2,0  $\mu\text{mhos/cm}$ ;
- 2) larutan  $\text{H}_3\text{BO}_3$  dengan konsentrasi 4 %;
- 3) katalis campuran selen, dibuat dengan cara mencampurkan 1,55 g  $\text{CuSO}_4$  anhidrus, 96,9 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrus serta 1,55 g selen dan dihaluskan;
- 4) indikator campuran, dibuat dengan cara :
  - (1) melarutkan 200 mg metil merah dalam 100 ml alkohol;
  - (2) melarutkan 200 mg biru metylen dalam 100 ml alkohol;
  - (3) mencampurkan larutan (1) dan (2) dengan perbandingan 1 bagian larutan metil merah : 2 bagian larutan biru metylen;
- 5) larutan  $\text{NaOH}$  dengan konsentrasi 45 %;
- 6)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat;
- 7) larutan baku  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dengan konsentrasi 0,1 N;
- 8) serbuk seng yang berukuran butir 30 mesh atau batu didih.



### 2.2.3 Benda Uji

Benda uji harus memenuhi ketentuan berikut :

1) contoh uji, diambil sesuai dengan Metode Pengambilan Contoh Muatan Sedimen Melayang di Sungai Dengan Cara Integrasi Kedalaman Berdasarkan Pembagian Debit, SNI 03-3414-1994.

2) persiapan benda uji :

(1) contoh uji dimasukan secara duplo ke dalam tabung pengendap lebih kurang 350 sampai dengan 400 ml;

(2) contoh uji dibiarkan mengendap selama 24 jam;

(3) endapan contoh uji dikeluarkan dari tabung pengendap dengan membuka cerat dan ditampung ke dalam cawan penguap yang beratnya sudah diketahui sesuai SNI 06-2413-1991 tentang Metode Pengujian Kualitas Fisika Air;

(4) air yang ada pada tabung pengendap dibuang dan tabung pengendap dibilas dengan air suling;

(5) bilasan ditampung ke dalam cawan yang sudah berisi endapan;

(6) endapan dibiarkan kering udara;

(7) endapan dihaluskan dengan cara menggerusnya pada lumpang porselen dan diayak dengan ayakan yang berukuran 0,5 mm;

(8) tahapan (1) sampai dengan (7) diulangi sehingga diperoleh berat benda uji yang setara dengan 10 g kering mutlak;

3) benda uji siap diuji.

#### 2.2.4 Rumus Perhitungan

Rumus yang digunakan dalam pengujian kadar Nitrogen total ini adalah :

$$\text{Nitrogen (total) \%} = \frac{(a_1 - a_2) \times b \times 14}{C} \times 100\%$$

keterangan :

$a_1$  = standar 0,1 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  rata-rata yang digunakan dalam titrasi contoh (ml)

$a_2$  = standar 0,1 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  rata-rata yang digunakan dalam titrasi blanko (ml)

$b$  = normalitas  $\text{H}_2\text{SO}_4$

$C$  = berat rata-rata contoh kering mutlak  $105^\circ\text{C}$  (mg)



### BAB III

#### C A R A U J I

Cara pengujian dan perhitungan kadar Nitrogen total sedimen layang dengan alat destilasi Kjeldahl secara titrasi dilakukan dengan tahapan sebagai berikut :

- 1) timbang benda uji (sedimen layang kering udara) secara duplo sebanyak 10 g dengan ketelitian 1 mg;
- 2) masukkan benda uji ke dalam labu Kjeldahl;
- 3) tambahkan  $\pm$  10 g katalis campuran selen;
- 4) tambahkan 35 mL  $H_2SO_4$  pekat;
- 5) didihkan sampai larutan jernih pada alat destruksi lanjutkan pendidihan selama 30 menit;
- 6) tambahkan 300 ml air suling, dinginkan pada temperatur di bawah  $25^\circ C$ ;
- 7) tambahkan serbuk seng atau batu didih untuk menghindarkan letupan;
- 8) siapkan erlenmeyer 250 ml yang berisi 50 ml larutan  $H_3BO_3$  dengan konsentrasi 4 % untuk penampung sulingan;
- 9) tambahkan 150 ml larutan NaOH pada butir 7) di atas untuk menjadikan larutan lebih alkali;
- 10) sulingkan sampai  $NH_4$  tersuling;
- 11) tampung sulingan ke dalam larutan  $H_3BO_3$  dengan konsentrasi 4%;
- 12) hentikan penyulingan bila hasil sulingan sudah menunjukkan  $\pm$  150 ml;
- 13) titrasi hasil sulingan dengan larutan baku  $H_2SO_4$  yang berkonsentrasi 0,1 N dengan menggunakan indikator campuran hingga titik akhir titrasi berwarna violet;
- 14) catat ml  $H_2SO_4$  yang digunakan;

- 15) ulangi pengujian apabila pemakaian  $H_2SO_4$  secara duplo lebih dari 0,1 ml, apabila kurang atau sama dengan 0,1 ml rata-ratakan hasilnya untuk perhitungan kadar Nitrogen total;
- 16) lakukan penetapan blanko tanpa benda uji dengan pengerjaan yang sama dari butir 3) sampai 15);
- 17) hitung kadar Nitrogen total sedimen layang berdasarkan rumus pada Bab II sub bab 2.2.4.



## BAB IV

### LAPORAN UJI

Hasil uji dilaporkan dalam bentuk formulir kerja, dapat dilihat pada Lampiran B yang memuat :

- 1) parameter yang diuji;
- 2) nama petugas pengujian;
- 3) tanggal pengujian;
- 4) nomor laboratorium;
- 5) data hasil uji :
  - (1) nomor contoh uji;
  - (2) lokasi pengambilan contoh uji;
  - (3) waktu pengambilan contoh uji;
  - (4) kadar Nitrogen total dalam benda uji;
  - (5) nama petugas, pengawas dan penanggung jawab pekerjaan.

LAMPIRAN A  
DAFTAR ISTILAH

air suling	: <i>aquadest</i>
bebas air	: <i>anhydride</i>
daya hantar listrik (DHL)	: <i>electrical conductivity</i>
indikator	: <i>indicator</i>
baja nir karat	: <i>stainless steel</i>
hasil sulingan	: <i>destilate</i>



## LAMPIRAN B

### CONTOH FORMULIR KERJA

#### HASIL PENGUJIAN NITROGEN TOTAL SEDIMEN LAYANG

No.Lab. : KLTA/PKS/0251091/1992  
 Petugas Pengujian : Yani Sumarriani, BSc  
 Tanggal Pengujian : 10 Oktober 1991

NO CONTOH	LOKASI PENGAMBILAN	TANGGAL PENGAMBILAN	BERAT CONTOH KEKING MUTLAK 105°C <0,5 mg (mg)			ml TITRASI H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> UNTUK BLANKO	ml TITRASI H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> UNTUK CONTOH			NITROGEN TOTAL ( % )
			1	2	RATA <sup>2</sup>		1	2	RATA-RATA	
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)
1	S.Citarum - Dayeuh Kolot	30-9-1991	4391	4391	4391	0	4,3	4,2	4,25	0,1355
2	Waduk Jaliluhur	2-10-1991	9086	9086	9086	0	6,5	6,4	6,45	0,0994
3	S.Citarum - Tanjungpura	3-10-1991	4443	4443	4443	0	4,9	4,8	4,85	0,1528

Catatan : Rumus Perhitungan

Normalitas H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 0,1000 N

$$\text{Nitrogen Total (\%)} = \frac{((10) - (7)) \times N \text{ H}_2\text{SO}_4 \times 14}{(6)} \times 100 \%$$

Bandung, 10 Oktober 1991

Petugas Pengujian

Pengawas Pengujian

Petanggung Jawab

  
 (Yani Sumarriani, B.Sc)

  
 (Ir. Yayai Setiawan)

  
 (Ir. Sunarni Junus)

Dilarang menggunakan sebagian atau seluruhnya dengan cara  
 apapun tanpa izin sah dari Badan Litbang P U dan Penerbit

# LAMPIRAN C

## DAFTAR NAMA DAN LEMBAGA

### 1) Pemrakarsa

Pusat Litbang Pengairan, Badan Litbang PU

### 2) Penyusun

N A M A	LEMBAGA
Yani Sumarrriani, B.Sc. Ir. Sunarmi Junus Ir. Yayai Setiaman	Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan Pusat Litbang Pengairan

### 3) Susunan Panitia Tetap Standardisasi

JABATAN	EX-OFFICIO	N A M A
Ketua	Kepala Badan Litbang PU	Ir. J. Hendro Moeljono
Sekretaris	Sekretaris Badan Litbang PU	Ir. Soedarmanto Darmonegoro
Anggota	Kepala Pusat Litbang Pengairan	Dr. Ir. Badruddin Machbub
Anggota	Kepala Pusat Litbang Jalan	Ir. Anas Ali
Anggota	Kepala Pusat Litbang Pemukiman	Ir. Mohamad Hardjono
Anggota	Sekretaris Ditjen Pengairan	Ir. Djoko Asmoro
Anggota	Sekretaris Ditjen Bina Marga	Ir. Soeratmo Notodipoero
Anggota	Sekretaris Ditjen Cipta Karya	Drs. Endang Sasmita
Anggota	Kepala Biro Bina Sarana Perusahaan	Ali Muhammad, S.H.
Anggota	Kepala Biro Hukum	







**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)